

CLIPPEDIMAGE= JP411260534A

PAT-NO: JP411260534A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11260534 A

TITLE: HEATING APPARATUS AND MANUFACTURE THEREOF

PUBN-DATE: September 24, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
KATSUTA, YUJI	N/A
ARAKI, KIYOSHI	N/A
OOHASHI, KUROAKI	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
NGK INSULATORS LTD	N/A

APPL-NO: JP10300736

APPL-DATE: October 22, 1998

INT-CL (IPC): H05B003/20;C04B035/495 ;H01L021/205  
;H01L021/68

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To stabilize the working state in each part of a heating apparatus provided with a substrate made of a ceramic and a heat radiating body buried in the substrate and comprising a heating face formed in the substrate for treating a material to be heated.

SOLUTION: This heating apparatus comprises a resistance control part 2c, for example, of a layered type, formed in a substrate 2 and made of a ceramic having a higher volumetric resistivity than that of a prescribed ceramic. Preferably, a conductive functional part 3 is buried between the resistance control layer 2c and a heating face 5 and the conductive

functional part 3 is  
an electrostatic chuck electrode or an electrode for  
generating high frequency  
and the prescribed ceramic is an aluminum nitride type  
ceramic and the ceramic  
used for the resistance control part 2c mainly contains  
alumina, silicon  
nitride, boron nitride, silicon oxide, or yttrium oxide.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] Heating apparatus which is equipped with the base and the heating element currently laid underground in this base, and is characterized by the bird clapper from the rheostatic control section which it is the heating apparatus with which the heating surface which should process a heated object to the aforementioned base is prepared, and the aforementioned base becomes from other ceramics which have a volume resistivity higher than the volume resistivity of predetermined ceramics and the aforementioned predetermined ceramics.

[Claim 2] Heating apparatus according to claim 1 characterized by preparing the aforementioned rheostatic control section between the aforementioned heating surface and the aforementioned heating element in the aforementioned base.

[Claim 3] Heating apparatus of a publication according to claim 1 or 2 which the aforementioned heating element is laid underground into the aforementioned predetermined ceramics, and is characterized by not being in contact to the aforementioned rheostatic control section.

[Claim 4] Heating apparatus given in any one claim of the claim 1-3 characterized by laying other conductive functional parts underground between the aforementioned rheostatic control section and the aforementioned heating surface into the aforementioned base.

[Claim 5] Heating apparatus given in any one claim of the claim 1-3 characterized by laying other conductive functional parts underground into the aforementioned rheostatic control section.

[Claim 6] Heating apparatus given in any one claim of the claim 1-5 characterized by for the aforementioned predetermined ceramics being the nature ceramics of alumimium nitride, and the principal component of ceramics besides the above being an alumina, a silicon nitride, boron nitride, a magnesium oxide, oxidization silicon, or a yttrium oxide.

[Claim 7] Heating apparatus according to claim 6 characterized by the acid nitride or oxide which becomes the interface of the aforementioned predetermined ceramics and the aforementioned rheostatic control section from aluminum and the component of the aforementioned rheostatic control section generating.

[Claim 8] Heating apparatus given in any one claim of the claim 1-5 characterized by for predetermined ceramics being the nature ceramics of alumimium nitride which do not contain magnesium and the lithium substantially, and being the nature ceramics of alumimium nitride with which ceramics besides the above convert magnesium into an oxide, and contain it 0.5% of the weight or more.

[Claim 9] Heating apparatus given in any one claim of the claim 1-5 characterized by for predetermined ceramics being the nature ceramics of alumimium nitride which do not contain magnesium and the lithium substantially, and ceramics besides the above being the nature ceramics of alumimium nitride containing 100 ppm or more of 500 ppm or less of lithiums.

[Claim 10] The manufacture method of heating apparatus characterized by carrying out hotpress sintering, being the method of manufacturing the heating apparatus of a publication to any one claim of the claim 1-9, preparing the calcinated body of the aforementioned ceramic base, preparing the calcinated section of the aforementioned rheostatic control section into the aforementioned calcinated

body in this case, and applying a pressure to the aforementioned calcinated body.

[Claim 11] It is the aforementioned calcinated body 20 kgf/cm<sup>2</sup> The manufacture method of heating apparatus according to claim 10 characterized by carrying out a hotpress by the above pressure.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the heating apparatus with which the heating element is laid underground into the ceramic base for processing heated objects, such as a semiconductor wafer, and its manufacture method.

[0002]

[Description of the Prior Art] Now, the nature ceramics of precise attract attention as a base of an electrostatic chuck. especially -- semiconductor fabrication machines and equipment -- setting -- as etching gas or cleaning gas --  $\text{ClF}_3$  etc. -- a halogen system corrosive gas is used abundantly Moreover, in order to heat quickly and to make it cool, holding a semiconductor wafer, the base of an electrostatic chuck is wanted to be equipped with high thermal conductivity. Moreover, to have a thermal shock resistance which is not destroyed by the rapid temperature change is desired. Precise alumimium nitride is equipped with high corrosion resistance to the above halogen system corrosive gases. Moreover, for such alumimium nitride, it is known as a highly thermally-conductive material, and the volume resistivity is  $10^{14}$  at a room temperature. It is more than  $\Omega\text{-cm}$  and a thermal shock resistance is also high. Therefore, it is thought suitable to form the base of the electrostatic chuck for semiconductor fabrication machines and equipment with an alumimium nitride sintered compact. Moreover, forming the base material of a ceramic heater or a RF-electrode built-in heater by alumimium nitride is proposed.

[0003] These people are indicating laying a resistance heating element and an electrostatic chuck electrode underground into the base which consists of alumimium nitride, or laying a resistance heating element and the electrode for RF generating underground in JP,7-50736,B.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the resistance heating element and the RF electrode were laid underground into the alumimium nitride base, the arrangement of electrode for RF generating was produced, and when this was worked in the elevated-temperature field 600 degrees C or more and was seen, the bird clapper had the state of a RF, or the state of RF plasma unstably. Moreover, when laid a resistance heating element and an electrostatic chuck electrode underground into an alumimium nitride base, electrostatic chuck equipment was produced, this was worked in an elevated-temperature field 600 degrees C or more and it saw, instability might arise locally or with time in the electrostatic adsorption power.

[0005] The technical problem of this invention is having the base made from ceramics, and the heating element currently laid underground in this base, and stabilizing the operating state in each portion of heating apparatus in the heating apparatus with which the heating surface which should process a heated object to a base is prepared, or enabling it to stabilize operating state with time.

[0006]

[Means for Solving the Problem] this invention is equipped with the base made from predetermined ceramics, and the heating element currently laid underground in this base, is heating apparatus with

which the heating surface which should process a heated object to a base is prepared, and is characterized by preparing in a base the rheostatic control section which consists of other ceramics which have a volume resistivity higher than the volume resistivity of predetermined ceramics.

[0007] Moreover, it is the method of manufacturing the aforementioned heating apparatus, and this invention prepares the calcinated body of a ceramic base, in this case, it prepares the calcinated section of the rheostatic control section into the calcinated body, and is characterized by carrying out hotpress sintering.

[0008] this invention person examined the reason which instability generates in the state of a RF for example, in RF-electrode equipment. Consequently, current flowed between the heating element in a base, and the RF electrode, and it found out that this leakage current brought turbulence to the state of a RF.

[0009] And in order to solve this problem, by preparing in a base the rheostatic control section which consists of other ceramics which have a volume resistivity higher than the volume resistivity of predetermined ceramics between a heating surface and a heating element, it found out that the influence by the leakage current could be suppressed or controlled, and this invention was reached.

[0010] Especially the volume resistivity of alumimium nitride shows the behavior like a semiconductor, and falling with elevation of temperature is known. According to this invention, when alumimium nitride is used, the state and the electrostatic adsorption power of a RF can be stabilized also in 600-degree-C field of -1200 degree C.

[0011] The gestalt of such the rheostatic control section has a stratified desirable thing, and a leakage current can be suppressed over the broad field of a heating surface by this.

[0012] Hereafter, this invention is explained still more concretely.

[0013] In this invention, the especially desirable rheostatic control section and conductivity functional part of others [ between / a rheostatic control layer (layer-like rheostatic control section) and heating surfaces ] is especially laid underground into a ceramic base preferably. As this conductive functional part, the electrode for RF generating and an electrostatic chuck electrode are desirable. Drawing 1 and drawing 2 are the cross sections showing the heating apparatus concerning this operation gestalt roughly.

[0014] In the heating apparatus 1 of drawing 1 , the heating surface 5 and the tooth back 6 are established in the board-like base 2, the ceramic layers 2a, 2b, 2c, 2d, and 2e are formed between the heating surface 5 and the tooth back 6, the resistance heating element 4 is laid underground into ceramic layer 2a and 2b, and the conductive functional part 3 is laid underground among the ceramic layers 2d and 2e. And between the resistance heating element 4 and the conductive functional part 3, rheostatic control layer 2c which a volume resistivity becomes from high ceramics relatively is prepared.

[0015] In heating apparatus 1A of drawing 2 , the ceramic layers 2a, 2f, 2d, and 2e are formed between the heating surface 5 of board-like base 2A, and the tooth back 6, the resistance heating element 4 is laid underground among the ceramic layers 2a and 2f, and the conductive functional part 3 is laid underground among the ceramic layers 2d and 2e.

[0016] In the operation gestalt of drawing 1 , it is laid underground into layer 2a which the resistance heating element 4 becomes from predetermined ceramics, and 2b, and is not in contact to rheostatic control layer 2c. In the operation gestalt of drawing 2 , the resistance heating element 4 is formed along the ceramic layer 2a and 2f [ of rheostatic control layers ] interface, and touches also to 2f of rheostatic control layers.

[0017] In other operation gestalten, an electrode is laid underground into the rheostatic control section. The thermal expansion around an electrode and the state of a thermal contraction are equalized by this. Drawing 3 and drawing 4 start this operation gestalt.

[0018] In heating apparatus 1B of drawing 3 , the ceramic layers 2a, 2b, 2g, and 2h are formed in base 2B. Here, the heating element 4 is laid underground into ceramic layer 2a and 2b, and 2g of rheostatic control sections is included among the ceramic layers 2b and 2h, and it is laid underground. The conductive functional part 3 is laid underground into 2g of rheostatic control sections. In addition, in this example, although 2g of rheostatic control sections is not exposed to the front face of base 2B, you may

expose the edge of 2g of rheostatic control sections to the side peripheral surface of base 2B.

[0019] Moreover, the rheostatic control section can be used as the surface layer of a base, and a tooth-back layer can be prepared in the tooth-back side of this surface layer. In this case, preferably, the heating element is laid underground into the tooth-back layer, and the conductive functional part is laid underground into the surface layer (rheostatic control section).

[0020] Drawing 4 is the cross section showing typically heating apparatus 1C concerning this operation gestalt. Base 2C consists of the rheostatic control section (surface layer) 29 and a tooth-back layer 30. The heating element 4 is laid underground into the tooth-back layer 30, and the conductive functional part 3 is laid underground into the surface layer 29.

[0021] In this invention, especially the thing for which especially the heating element is laid underground into predetermined ceramics is desirable, when heating element temperature rose and descends by this, distortion produced to the ceramics around a heating element is suppressed, and breakage of a base is suppressed.

[0022] According to this invention, when leak of the current to the conductive functional part 3 can be prevented, and the temperature of each portion in a heating surface 5 can be maintained stably, for example, a semiconductor wafer is installed, high soaking nature is obtained from the resistance heating element 4.

[0023] In this invention, as predetermined ceramics, although alumimium nitride, a silicon nitride, oxidization silicon, an aluminum oxide, a magnesium oxide, a yttrium oxide, etc. can be illustrated, nitride system ceramics are desirable and especially the nature ceramics of alumimium nitride are desirable.

[0024] As other ceramics, the ceramics the principal component of whose is an alumina, a silicon nitride, boron nitride, a magnesium oxide, oxidization silicon, or a yttrium oxide are desirable. However, it is shown that these components occupy 90 % of the weight or more as considering as a principal component. Especially the case where the rheostatic control section which consists of ceramics which make a principal component an alumina, a silicon nitride, boron nitride, oxidization silicon, or a yttrium oxide into the base of the nature ceramics of alumimium nitride is generating is desirable.

[0025] Moreover, a low case has thermal conductivity more effective in temperature distribution control than ceramics predetermined in other ceramics.

[0026] Moreover, when predetermined ceramics and other ceramics are made into both the nature ceramics of alumimium nitride, by adding the magnesium and/or the lithium of the specified quantity in the nature ceramics of alumimium nitride which constitute other ceramics, the volume resistivity is raised and the rheostatic control section can be produced by this. Hereafter, this operation gestalt is explained.

[0027] (1) It is [0028] when the magnesium of the specified quantity is added in the nature ceramics of alumimium nitride which constitute other ceramics. An alumimium nitride particle needs to be only the amount which may exist as a main phase, and the content of the aluminum in the nature ceramics of alumimium nitride is 30 % of the weight or more preferably, and is 50 % of the weight or more still more preferably.

[0029] When magnesium is added in the nature ceramics of alumimium nitride and it was made to contain 0.5% of the weight or more by oxide conversion, after the volume resistivity went up, high corrosion resistance was shown to the halogen system corrosive gas. Therefore, if the rheostatic control section is formed with these nature ceramics of alumimium nitride, a leakage current can be prevented with high corrosion resistance.

[0030] The content of the magnesium in other ceramics does not limit. However, it converts into an oxide and, as for a manufacture top, it is desirable to consider as 30 or less % of the weight. Moreover, in order to bring the coefficient of thermal expansion of the nature sintered compact of alumimium nitride of this invention close to the coefficient of thermal expansion of the nature sintered compact of alumimium nitride which has not added magnesium since the coefficient of thermal expansion of a sintered compact increases if the content of magnesium increases, it is desirable to consider as 20 or less % of the weight.

[0031] As for the composition phase of other ceramics, the case of aluminium nitride single phase and the magnesium-oxide phase may deposit. In the case of aluminium nitride phase single phase, since it is near, when making both really sinter with the aluminium nitride sintered compact with which the coefficient of thermal expansion of the aluminium nitride containing magnesium does not contain magnesium, thermal stress is eased and the origin and bird clapper of destruction do not have a magnesium-oxide phase. On the other hand, when the magnesium-oxide phase deposits, corrosion resistance improves further. Generally, when the 2nd phase is distributing to the insulator, a low and the whole resistivity fall [ the resistivity of the 2nd phase ]. However, the composition phase of other ceramics is  $\text{AlN}+\text{MgO}$ . A case is  $\text{MgO}$ . Since self of a volume resistivity is high, the problem that a volume resistivity becomes low on the whole does not occur, either.

[0032] (2) It is [0033] when the lithium of the specified quantity is added in the nature ceramics of aluminium nitride which constitute other ceramics. this invention person discovered an elevated-temperature field and that the volume resistivity especially in an elevated-temperature field 600 degrees C or more improved remarkably by making the lithium of a minute amount 500 ppm or less contain in the nature ceramics of aluminium nitride. By forming the rheostatic control section with these nature ceramics of aluminium nitride, a leakage current can be effectively prevented at the time of heating. And it is suitable as an object for semiconductor fabrication machines and equipment which dislikes metal contamination from the additions of a lithium being 500 ppm or less and a minute amount.

[0034] An aluminium nitride particle needs to be only the amount which may exist as a main phase, and the content of the aluminum in other ceramics is 30 % of the weight or more preferably, and is 50 % of the weight or more still more preferably. Moreover, in the polycrystal structure of an aluminium nitride crystal, it may be included in addition to the aluminium nitride crystal, other crystal phases, for example, lithium-oxide phase, of a minute amount.

[0035] Moreover, when a lithium content was 500 ppm or less, in the X-ray diffraction method, no phases other than an aluminium nitride phase have been checked. On the other hand, when the lithium was added superfluously, in the X-ray diffraction method, the peak of lithium aluminum NETO or a lithium oxide was seen. From these things, the lithium may deposit in the nature ceramics of aluminium nitride containing a lithium as a microcrystal of the grade which at least the part may be dissolving in an aluminium nitride grid, and does not result in a check in X-ray diffraction methods, such as lithium aluminum NETO and a lithium oxide.

[0036] Although the reason the volume resistivity in an elevated temperature becomes high is unknown, it is possible that some lithiums [ at least ] dissolved in aluminium nitride, and it has compensated the lattice defect of aluminium nitride with addition of a lithium.

[0037] In addition, when other ceramics are formed with the nature ceramics of aluminium nitride by which above-mentioned magnesium or an above-mentioned lithium was added and predetermined ceramics are made into the nature ceramics of aluminium nitride, as for the metal impure amount of resources in predetermined ceramics (a lithium, the amounts of metals other than MAKUNESHIUMU), it is desirable that it is 1000 ppm or less.

[0038] In order to manufacture the heating apparatus of this invention, the calcinated body of a ceramic base is prepared, the rheostatic control section is prepared into the calcinated body in this case, and hotpress sintering of the calcinated body is carried out.

[0039] The pressure at the time of a hotpress is 20 kgf/cm<sup>2</sup>. The above is desirable and it is 100 kgf/cm<sup>2</sup>. Especially the above is desirable. Especially this upper limit is 1000 kgf/cm<sup>2</sup> practically, in order to prevent the injury on kiln furnitures, such as a mould, although not limited. The following is desirable and it is 400 kgf/cm<sup>2</sup>. The following is still more desirable.

[0040] After the hotpress, especially the thing that the acid nitride of aluminum or the oxide of aluminum is generating was desirable, and the interface of the rheostatic control section and other predetermined ceramics understood the bird clapper as the adhesion in the interface of the rheostatic control section and predetermined ceramics being much more good by this. Especially as such a compound,  $\text{AlON}$ ,  $\text{SiAlON}$ , and an Y-aluminum-O compound are desirable.

[0041] Although the conductive functional part laid underground into an aluminium nitride sintered



compact may be the conductive film formed of printing, it is desirable that it is especially field-like metal bulk material. Here, "field-like metal bulk material" means what formed the metal wire and the metal plate as a 2-dimensional bulk object of one prolonged-like.

[0042] As for a metal member, forming by the refractory metal is desirable, and a tantalum, a tungsten, molybdenum, platinum, a rhenium, hafniums, and these alloys can be illustrated as such a refractory metal. An aluminum wafer besides a semiconductor wafer etc. can be illustrated as a processed material.

[0043] Hereafter, a still more concrete experimental result is described.

(Example 1 of this invention) The heating apparatus of a gestalt as shown in drawing 1 was produced. The alumimium nitride powder obtained by reduction nitriding was specifically used, the acrylic resin binder was added to this powder, it corned by the spraying granulator, and granulation granulation was obtained. Moreover, tape forming of the alumina powder was carried out apart from this, and the alumina sheet with a thickness of 320 micrometers was obtained. As shown in drawing 1, 1 shaft pressing of the Plastic solid of each class was carried out one by one, and the laminating was carried out and it unified. Into this 1 shaft pressing object, coil-like the resistance heating element 4 and electrode 3 made from molybdenum were laid underground. As an electrode 3, the wire gauze which knit the diameter  $\phi 0.4\text{mm}$  molybdenum line by 24 densities per inch was used.

[0044] This Plastic solid was held into the hotpress type, and was sealed. Temperature was raised by the 300 degrees C [hour] programming rate, and it decompressed by the room temperature -1000 degree C temperature requirement at this time. The pressure was raised simultaneously with elevation of this temperature. A maximum temperature is made into 1800 degrees C, and it holds by the maximum temperature for 4 hours, and is a pressure 200 kgf/cm<sup>2</sup> It carried out, and calcinated under nitrogen atmosphere, and the sintered compact was obtained. This sintered compact was machined, it finish-machined further, and heating apparatus was obtained. It was referred to as diameter  $\phi 240\text{mm}$  of a base 2, thickness was set to 18mm, the interval of the resistance heating element 4 and a heating surface was set to 6mm, and thickness of insulating dielectric layer 2e was set to 1mm.

[0045] Moreover, the superficial laying-under-the-ground configuration of a resistance heating element was shown in drawing 5. That is, the molybdenum line was wound, the winding object 16 was acquired, and Terminals 17A and 17B were joined to the ends of a winding object. The whole winding object 16 is mostly arranged to the line perpendicular to space at the axial symmetry in drawing 5. Two or more concentric circle-like partial 16a from which a diameter differs mutually is arranged so that an axial symmetry may be made, and each concentric circle-like partial 16a which adjoins each other in the diameter direction of a concentric circle is connecting by 16d of joining segments, respectively. Joining segment 16b of the outermost periphery is connected with circular partial 16c carried out about 1 round. The terminals 17A and 17B of a couple are connected in series by the winding object 16. Both the terminals 17A and 17B are held in the one protecting tube (not shown).

[0046] The circuit roughly shown in drawing 1 was produced. That is, RF generator 8 for electric power supplies was connected to the resistance heating element 4 through the electric wire 9, and the electrode 3 was connected to the ground 11 through the electric wire 10. The leakage currents from the resistance heating element 4 to an electrode 3 are 500 degrees C, 600 degrees C, and 700 degrees C in each temperature among a vacuum, and were measured by letting electric wires 20 and 9 pass in clamp meter. Moreover, as an index of operation of a conductive functional part, at the operation temperature of 700 degrees C, the skin-temperature distribution of a heating surface 5 was measured by the thermostat viewer, and the difference of the maximum temperature and minimum temperature in a heating surface was measured.

[0047] Consequently, the leakage current was not observed in each temperature, but the temperature gradient of a heating surface was 10 degrees C. Moreover, rheostatic control layer thickness was 150 micrometers, the rheostatic control layer consists of an alpha-alumina phase, and the AlON phase was generating it to the interface of a rheostatic control layer and alumimium nitride. Drawing 6 is a scanning-electron-microscope photograph in which the ceramic organization near the interface of a rheostatic control layer and alumimium nitride is shown. It is the AlON phase which is being generated

to the homogeneous aluminum nitride intermediate room. Near the interface of an aluminum nitride phase and an AlON phase is expanded further, and is shown in drawing 7 . The interface of these ceramic phases that are different from each other is continuing, and abnormalities, such as ablation and a crack, cannot be seen.

[0048] (Example 2 of this invention) Heating apparatus 1 was produced like the example 1 of this invention, and the same experiment as the above was conducted. However, an alumina sheet was not used at the time of 1 shaft pressing, instead alumina powder was laid.

[0049] Consequently, the leakage current was not observed in each temperature, but the temperature gradient of a heating surface was 10 degrees C. Moreover, rheostatic control layer thickness was 220 micrometers, the rheostatic control layer consists of an alpha-alumina phase, and the AlON phase was generating it to the interface of a rheostatic control layer and aluminum nitride.

[0050] (Example 3 of this invention) Heating apparatus 1 was produced like the example 1 of this invention, and the same experiment as the above was conducted. However, an alumina sheet was not used at the time of 1 shaft pressing, instead silicon-nitride powder was laid.

[0051] Consequently, the leakage current was not observed at 500 degrees C, but was 1mA at 600 degrees C, and was 8mA at 700 degrees C. The temperature gradient of a heating surface was 15 degrees C. Rheostatic control layer thickness is 240 micrometers, the rheostatic control layer consists of a silicon-nitride phase, and the product which cannot be specified existed in the interface of a rheostatic control layer and aluminum nitride.

[0052] (Example 4 of this invention) Heating apparatus 1 was produced like the example 1 of this invention, and the same experiment as the above was conducted. However, an alumina sheet was not used at the time of 1 shaft pressing, instead oxidation silicon powder was laid.

[0053] Consequently, the leakage current was not observed at 500 degrees C, but was 3mA at 600 degrees C, and was 10mA at 700 degrees C. The temperature gradient of a heating surface was 15 degrees C. Rheostatic control layer thickness is 210 micrometers, the rheostatic control layer consists of an oxidation silicon phase, and the product which cannot be specified existed in the interface of a rheostatic control layer and aluminum nitride.

[0054] (Example 5 of this invention) Heating apparatus 1 was produced like the example 1 of this invention, and the same experiment as the above was conducted. However, an alumina sheet was not used at the time of 1 shaft pressing, instead yttrium-oxide powder was laid.

[0055] Consequently, the leakage current was not observed at 500 degrees C and 600 degrees C, but was 3mA at 700 degrees C. The temperature gradient of a heating surface was 10 degrees C. Rheostatic control layer thickness is 190 micrometers, the rheostatic control layer consists of a yttrium-oxide phase, and it is aluminum 2Y4O9 in the interface of a rheostatic control layer and aluminum nitride. The phase existed.

[0056] (Example 6 of this invention) Heating apparatus 1 was produced like the example 1 of this invention, and the same experiment as the above was conducted. However, an alumina sheet was not used at the time of 1 shaft pressing, instead boron nitride powder was laid.

[0057] Consequently, the leakage current was not observed at 500 degrees C and 600 degrees C, but was 2mA at 700 degrees C. The temperature gradient of a heating surface was 10 degrees C. Rheostatic control layer thickness is 130 micrometers, the rheostatic control layer consists of a boron nitride phase, and the phase of the product which cannot be specified existed in the interface of a rheostatic control layer and aluminum nitride.

[0058] (Example 1 of comparison) Heating apparatus was produced like the example 1 of this invention, and the same experiment as the above was conducted. However, an alumina sheet was not used at the time of 1 shaft pressing.

[0059] Consequently, the leakage current was 2mA at 500 degrees C, was 9mA at 600 degrees C, and was 45mA at 700 degrees C. The temperature gradient of a heating surface was 50 degrees C.

[0060] (Example 7 of this invention) The heating apparatus shown in drawing 3 was produced like the example 1 of this invention.

[0061] However, aluminum nitride powder of the specified quantity obtained by reduction nitriding in

isopropyl alcohol as a rheostatic control layer and MgO Proper quantity addition of 1.0 % of the weight and the acrylic resin binder was carried out, what carried out dryness granulation was used after mixture and by the spraying granulator with the pot mill, and the electrode 3 was laid underground into this granulation granulation. As an electrode 3, the wire gauze which knit the diameter  $\phi 0.4\text{mm}$  molybdenum line by 24 densities per inch was used. 1 shaft pressing of the granulation was carried out in this state, and the disk-like Plastic solid was obtained. The laminating of each of these Plastic solids was carried out, they carried out 1 shaft pressing, and it considered as the form as shown in drawing 3. [0062] This Plastic solid was held into the hotpress type, and was sealed. Temperature was raised by the 3000 degrees C [hour] programming rate, and it decompressed by the room temperature -1000 degree C temperature requirement at this time. Simultaneously with the rise of this temperature, the pressure was raised. A maximum temperature is made into 1800 degrees C, and it holds by the maximum temperature for 4 hours, and is a hotpress pressure 200 kgf/cm<sup>2</sup> It carried out, and calcinated under nitrogen atmosphere, and the sintered compact was obtained. This sintered compact was machined, finish was carried out further, and heating apparatus was obtained. The diameter of a base was set to  $\phi 240\text{mm}$ , thickness was set to 18mm, and the interval of a heating element 4 and a heating surface was set to 6mm.

[0063] Among the vacuum, the leakage current from a heating element 4 to an electrode 3 was not observed, but it was 800 degrees C in operation temperature in each temperature of 500,600,700 degrees C and 800 degrees C, and the difference of the maximum temperature and the minimum temperature in a heating surface was 10 degrees C.

[0064] Moreover, the corrosion-resistant examination was performed about this heating apparatus. Heating apparatus was fed into the resistance heating element 4 for power in the inside of the chamber under halogen gas atmosphere (chlorine gas : 300sccm, nitrogen gas:100sccm, chamber internal pressure 0.1torr), the temperature of a heating surface 5 was held at 735 degrees C, the RF plasma of an inductively-coupled-plasma method was generated on the heating surface, and it asked for the etching rate from the weight change after making it exposed for 24 hours. Consequently, the etching rate was 4.4micrometers/hour. Therefore, the susceptor of this invention can be used from the conventional technology as a heater which operates at an elevated temperature more.

[0065] When the sample was started from 2h of ceramic layers and the metal impure amount of resources was measured by the wet chemical analysis, it was 100 ppm or less. When the sample was started from 2g of rheostatic control sections and the amount of magnesium was measured, it was 0.50 % of the weight.

[0066] (Example 8 of this invention) The heating apparatus shown in drawing 4 was produced like the example 1 of this invention.

[0067] However, alumimium nitride powder of the specified quantity obtained by reduction nitriding in isopropyl alcohol and MgO Dryness granulation of the powder was carried out by the spraying granulator after mixture with the pot mill by carrying out proper quantity addition of 2.0 % of the weight and the acrylic resin binder, and granulation granulation was obtained. Into this, the electrode 3 shown in the example 7 of this invention was laid underground, and the Plastic solid of a surface layer 29 was obtained. The laminating of each Plastic solid was carried out, 1 shaft pressing of the layered product was carried out, and the Plastic solid of the form shown in drawing 4 was obtained. Hotpress sintering of this Plastic solid was carried out like the example 7 of this invention. The size behind this hotpress is the same as that of the example 7 of this invention.

[0068] Among the vacuum, the leakage current from the resistance heating element 7 to an electrode 3 was not observed, but it was 800 degrees C in operation temperature in each temperature of 500 degrees C, 600 degrees C, 700 degrees C, and 800 degrees C, and the difference of the maximum temperature and the minimum temperature in a heating surface was 10 degrees C. moreover, when it was alike on the same conditions as the example 7 of this invention and the etching rate was measured, it was 4.3micrometers/hour

[0069] When the sample was started from the surface layer 29 and the amount of magnesium was measured, it was 1.1 % of the weight.

[0070] (Example 9 of this invention) The heating apparatus of the form shown in drawing 4 was produced like the example 1 of this invention.

[0071] However, into isopropyl alcohol, the aluminum nitride powder, the lithium-carbonate powder (it is 0.1 % of the weight by oxide conversion), and the acrylic resin binder of the specified quantity obtained by reduction nitriding were mixed with the pot mill, 1 shaft pressing of what carried out dryness granulation by the spraying granulator was carried out, and the same electrode 3 as the example 7 of this invention was laid underground in this Plastic solid. The laminating of each Plastic solid was carried out.

[0072] This layered product was calcinated like the example 7 of this invention, and was examined. Consequently, in each temperature of 500 degrees C, 600 degrees C, and 700 degrees C, the leakage current was not observed, but at 800 degrees C, it was 1mA and the temperature gradient in a 800-degree C heating surface was 10 degrees C.

[0073] Moreover, when the sample was started from the tooth-back layer 30 and the metal impure amount of resources was measured by the wet chemical analysis, it was 100 ppm or less. It was 280 ppm, when the sample was started from the rheostatic control section (surface layer) 29 and the amount of lithiums was measured.

[0074] Next, the field which the leakage current from a heating element concentrates depending on the gestalt of the heating element in a base may be except the field between a heating surface and a heating element. In such a case, it is suitable to prepare the rheostatic control section in the field which a leakage current concentrates at least.

[0075] For example, in the case of the resistance heating element 16 which has a superficial pattern as shown in drawing 8 (namely, drawing 5), in drawing 8, the thing between a right-hand side resistance heating element and a left-hand side resistance heating element which a leakage current produces was found out especially in joining segments [ 16b and 16d ] near. If such a leakage current occurs, since current will concentrate on the near and a hot spot will be generated, the homogeneity of the temperature of a heating surface is spoiled.

[0076] For this reason, according to this invention, the rheostatic control layer 20 can be formed, the leakage current between resistance heating elements can be prevented, and generating of a hot spot can be prevented by this. Of course, since the field which such a leakage current tends to generate changes with the gestalten of a resistance heating element, it makes the field which a big electric potential gradient produces relatively in a base generate the rheostatic control section at least.

[0077] Moreover, it is not restricted to a monotonous configuration which has also mentioned above the gestalt of rheostatic control section itself. For example, in the example of drawing 9 (a), when there is a field 21 where the potential difference is added between the resistance heating elements 16 into a base 15, a leakage current is prevented by preparing rheostatic control layer 20A in this field 21. Here, a leakage current can be prevented much more certainly by making the gestalt of rheostatic control layer 20A into an abbreviation perpendicular to the flat surface to which the resistance heating element 16 extends.

[0078] Moreover, as shown in drawing 9 (b), rheostatic control layer 20B can be prepared in a field 21, and the fixed angle inclination of the rheostatic control layer 20B can be carried out to the flat surface to which the resistance heating element 16 extends. By this, the detour distance of a leakage current becomes still longer. In this case, it is desirable to make into 30 to 90 degrees the degree of tilt angle of rheostatic control layer 20B to the flat surface to which a resistance heating element extends.

[0079] Moreover, as shown in drawing 9 (c), rheostatic control section 20C can be prepared in a field 21. Here, a part for this soma 22 prolonged in an abbreviation perpendicular to the flat surface to which the resistance heating element 16 extends is formed, and it projects to a part for this soma 22, and Portions 23A, 23B, 23C, and 23D are formed in rheostatic control layer 20C. Thus, by preparing a part for each lobe prolonged in a heating-surface side and/or this opposite side, the detour distance of a leakage current becomes still longer, in view of the resistance heating element 16.

[0080]

[Effect of the Invention] As stated above, according to this invention, it has the base made from

ceramics, and the heating element currently laid underground in this base, and the operating state in each portion of heating apparatus is stabilized in the heating apparatus with which the heating surface which should process a heated object to a base is prepared, or operating state with time can be stabilized.

---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-260534

(43) 公開日 平成11年(1999) 9月24日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>  
H 0 5 B 3/20  
C 0 4 B 35/495  
// H 0 1 L 21/205  
21/68

識別記号  
3 5 6

F I  
H 0 5 B 3/20 3 5 6  
H 0 1 L 21/205  
21/68 R  
C 0 4 B 35/00 J

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-300736

(22) 出願日 平成10年(1998)10月22日

(31) 優先権主張番号 特願平10-13518

(32) 優先日 平10(1998) 1月9日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

(72) 発明者 勝田 祐司

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(72) 発明者 新木 清

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(72) 発明者 大橋 玄章

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

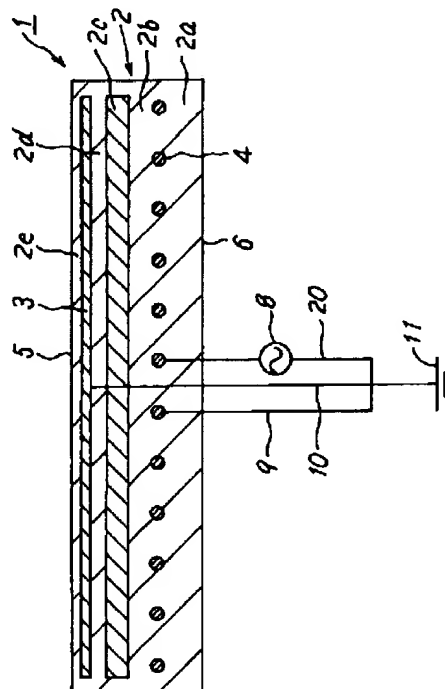
(74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外8名)

(54) 【発明の名称】 加熱装置およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】セラミックス製の基体と、この基体の中に埋設されている発熱体とを備えており、基体に被加熱物を処理するべき加熱面が設けられている加熱装置において、加熱装置の各部分における動作状態を安定化する。

【解決手段】基体2内において、所定のセラミックスの体積抵抗率よりも高い体積抵抗率を有する他のセラミックスからなる例えば層状の抵抗制御部2cが設けられている。好ましくは、抵抗制御層2cと加熱面5との間に他の導電性機能部品3が埋設されており、導電性機能部品3が静電チャック電極または高周波発生用電極であり、所定のセラミックスが窒化アルミニウム質セラミックスであり、前記他のセラミックスの主成分がアルミナ、窒化珪素、窒化ホウ素、酸化珪素または酸化イットリウムである。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】基体と、この基体の中に埋設されている発熱体とを備えており、前記基体に被加熱物を処理するべき加熱面が設けられている加熱装置であって、前記基体が、所定のセラミックスと、前記所定のセラミックスの体積抵抗率よりも高い体積抵抗率を有する他のセラミックスからなる抵抗制御部とからなることを特徴とする、加熱装置。

【請求項2】前記基体内において、前記加熱面と前記発熱体との間に前記抵抗制御部が設けられていることを特徴とする、請求項1記載の加熱装置。

【請求項3】前記発熱体が前記所定のセラミックス中に埋設されており、前記抵抗制御部に対して接触していないことを特徴とする、請求項1または2記載の加熱装置。

【請求項4】前記基体中において前記抵抗制御部と前記加熱面との間に他の導電性機能部品が埋設されていることを特徴とする、請求項1-3のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置。

【請求項5】前記抵抗制御部中に他の導電性機能部品が埋設されていることを特徴とする、請求項1-3のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置。

【請求項6】前記所定のセラミックスが窒化アルミニウム質セラミックスであり、前記他のセラミックスの主成分がアルミナ、窒化珪素、窒化ホウ素、酸化マグネシウム、酸化珪素または酸化イットリウムであることを特徴とする、請求項1-5のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置。

【請求項7】前記所定のセラミックスと前記抵抗制御部との界面に、アルミニウムと前記抵抗制御部の成分とからなる酸窒化物または酸化物が生成していることを特徴とする、請求項6記載の加熱装置。

【請求項8】所定のセラミックスが、マグネシウムおよびリチウムを実質的に含有していない窒化アルミニウム質セラミックスであり、前記他のセラミックスが、マグネシウムを酸化物に換算して0.5重量%以上含有する窒化アルミニウム質セラミックスであることを特徴とする、請求項1-5のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置。

【請求項9】所定のセラミックスが、マグネシウムおよびリチウムを実質的に含有していない窒化アルミニウム質セラミックスであり、前記他のセラミックスが、リチウムを100ppm以上、500ppm以下含有する窒化アルミニウム質セラミックスであることを特徴とする、請求項1-5のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置。

【請求項10】請求項1-9のいずれか一つの請求項に記載の加熱装置を製造する方法であって、前記セラミックス基体の被焼成体を準備し、この際前記被焼成体の中に前記抵抗制御部の被焼成部を設け、前記

被焼成体に対して圧力を加えつつホットプレス焼結させることを特徴とする、加熱装置の製造方法。

【請求項11】前記被焼成体を20kgf/cm<sup>2</sup>以上の圧力でホットプレスすることを特徴とする、請求項10記載の加熱装置の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体ウエハー等の被加熱物を処理するための、セラミックス基体中に発熱体が埋設されている加熱装置、およびその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】現在、静電チャックの基体として、緻密なセラミックスが注目されている。特に半導体製造装置においては、エッチングガスやクリーニングガスとして、C<sub>1</sub>F<sub>3</sub>等のハロゲン系腐食性ガスを多用する。また、半導体ウエハーを保持しつつ、急速に加熱し、冷却させるためには、静電チャックの基体が高い熱伝導性を備えていることが望まれる。また、急激な温度変化によって破壊しないような耐熱衝撃性を備えていることが望まれる。緻密な窒化アルミニウムは、前記のようなハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐食性を備えている。また、こうした窒化アルミニウムは、高熱伝導性材料として知られており、その体積抵抗率が室温で10<sup>14</sup>Ω・cm以上であり、耐熱衝撃性も高い。従って、半導体製造装置用の静電チャックの基体を窒化アルミニウム焼結体によって形成することが好適であると考えられる。また、セラミックスヒーターや高周波電極内蔵型ヒーターの基材を窒化アルミニウムによって形成することが提案されている。

【0003】本出願人は、特公平7-50736号公報において、窒化アルミニウムからなる基体中に抵抗発熱体と静電チャック電極とを埋設したり、あるいは抵抗発熱体と高周波発生用電極とを埋設したりすることを開示している。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、窒化アルミニウム基体中に抵抗発熱体と高周波電極とを埋設して高周波発生用の電極装置を作製し、これを例えば600℃以上の高温領域で稼働させて見ると、高周波の状態、あるいは高周波プラズマの状態が不安定になることがあった。また、窒化アルミニウム基体中に抵抗発熱体と静電チャック電極とを埋設して静電チャック装置を作製し、これを例えば600℃以上の高温領域で稼働させて見た場合にも、静電吸着力に局所的にあるいは経時的に不安定が生ずることがあった。

【0005】本発明の課題は、セラミックス製の基体と、この基体の中に埋設されている発熱体とを備えており、基体に被加熱物を処理するべき加熱面が設けられている加熱装置において、加熱装置の各部分における動作

状態を安定化し、あるいは経時的な動作状態を安定化できるようにすることである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、所定のセラミックス製の基体と、この基体の中に埋設されている発熱体とを備えており、基体に被加熱物を処理すべき加熱面が設けられている加熱装置であって、基体内において、所定のセラミックスの体積抵抗率よりも高い体積抵抗率を有する他のセラミックスからなる抵抗制御部が設けられていることを特徴とする。

【0007】また、本発明は、前記の加熱装置を製造する方法であって、セラミックス基体の被焼成体を準備し、この際、被焼成体の中に抵抗制御部の被焼成部を設け、ホットプレス焼結させることを特徴とする。

【0008】本発明者は、例えば高周波電極装置において高周波の状態に不安定が発生する理由について検討した。この結果、基体内の発熱体と高周波電極の間で電流が流れ、このリーク電流が高周波の状態に擾乱をもたらすことを見いだした。

【0009】そして、この問題を解決するために、基体内において、加熱面と発熱体との間に、所定のセラミックスの体積抵抗率よりも高い体積抵抗率を有する他のセラミックスからなる抵抗制御部を設けることによって、リーク電流による影響を抑制し、あるいは制御できることを見いだし、本発明に到達した。

【0010】特に窒化アルミニウムの体積抵抗率は、半導体的な挙動を示し、温度の上昇と共に低下することが知られている。本発明によれば、窒化アルミニウムを用いた場合、例えば600℃-1200℃の領域においても、高周波の状態や静電吸着力を安定化させることができる。

【0011】こうした抵抗制御部の形態は、層状であることが好ましく、これによって加熱面の幅広い領域にわたってリーク電流を抑制することができる。

【0012】以下、本発明を更に具体的に説明する。

【0013】本発明において特に好ましくは、セラミックス基体中において、抵抗制御部、特に好ましくは抵抗制御層（層状の抵抗制御部）と加熱面との間に他の導電性機能部品を埋設する。この導電性機能部品としては、高周波発生用電極、静電チャック電極が好ましい。図1、図2は、この実施形態に係る加熱装置を概略的に示す断面図である。

【0014】図1の加熱装置1においては、盤状の基体2には加熱面5と背面6が設けられており、加熱面5と背面6との間に、セラミックス層2a、2b、2c、2d、2eが設けられており、セラミックス層2aおよび2b中に抵抗発熱体4が埋設されており、セラミックス層2dと2eとの間に導電性機能部品3が埋設されている。そして、抵抗発熱体4と導電性機能部品3との間には、体積抵抗率が相対的に高いセラミックスからなる抵

抗制御層2cが設けられている。

【0015】図2の加熱装置1Aにおいては、盤状の基体2Aの加熱面5と背面6との間に、セラミックス層2a、2f、2d、2eが設けられており、セラミックス層2aと2fとの間に抵抗発熱体4が埋設されており、セラミックス層2dと2eとの間に導電性機能部品3が埋設されている。

【0016】図1の実施形態においては、抵抗発熱体4が、所定のセラミックスからなる層2a、2b中に埋設されており、抵抗制御層2cに対して接触していない。図2の実施形態においては、抵抗発熱体4が、セラミックス層2aと抵抗制御層2fとの境界面に沿って設けられており、抵抗制御層2fに対しても接触している。

【0017】他の実施形態においては、電極を抵抗制御部の中に埋設する。これによって、電極の周囲の熱膨張、熱収縮の状態が均一化される。図3、図4は、この実施形態に係るものである。

【0018】図3の加熱装置1Bにおいては、基体2Bの中に、セラミックス層2a、2b、2g、2hが設けられている。ここで、発熱体4はセラミックス層2a、2b中に埋設されており、抵抗制御部2gはセラミックス層2bと2hとの間に包含され、埋設されている。抵抗制御部2g中に導電性機能部品3が埋設されている。なお、本例では、抵抗制御部2gが基体2Bの表面に露出していないが、抵抗制御部2gの端部を基体2Bの側面に露出させてもよい。

【0019】また、抵抗制御部を、基体の表面層とし、この表面層の背面側に背面層を設けることができる。この場合、好ましくは、発熱体は背面層中に埋設されており、導電性機能部品は、表面層（抵抗制御部）中に埋設されている。

【0020】図4は、この実施形態に係る加熱装置1Cを模式的に示す断面図である。基体2Cは、抵抗制御部（表面層）29と背面層30とからなる。発熱体4は背面層30中に埋設されており、導電性機能部品3は表面層29中に埋設されている。

【0021】本発明においては、特に発熱体が所定のセラミックス中に埋設されていることが特に好ましく、これによって、発熱体温度が上昇、下降したときに、発熱体の周囲のセラミックスに生ずる歪みが抑制され、基体の破損が抑制される。

【0022】本発明によれば、抵抗発熱体4から、導電性機能部品3への電流のリークが防止でき、加熱面5における各部分の温度を安定的に維持でき、例えば半導体ウエハーを設置した場合において、高い均熱性が得られる。

【0023】本発明において、所定のセラミックスとしては、窒化アルミニウム、窒化珪素、酸化珪素、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化イットリウム等を例示できるが、窒化物系セラミックスが好ましく、窒化



アルミニウム質セラミックスが特に好ましい。

【0024】他のセラミックスとしては、その主成分が、アルミナ、窒化珪素、窒化ホウ素、酸化マグネシウム、酸化珪素または酸化イットリウムであるセラミックスが好ましい。ただし、主成分とするとは、これらの成分が90重量%以上を占めることを示している。窒化アルミニウム質セラミックスの基体中に、アルミナ、窒化珪素、窒化ホウ素、酸化珪素または酸化イットリウムを主成分とするセラミックスからなる抵抗制御部が生成している場合が特に好ましい。

【0025】また、他のセラミックスが、所定のセラミックスより熱伝導率が低い場合は、温度分布制御に有効である。

【0026】また、所定のセラミックスと他のセラミックスとを、共に窒化アルミニウム質セラミックスとした場合にも、他のセラミックスを構成する窒化アルミニウム質セラミックス中に所定量のマグネシウムおよび／またはリチウムを添加することによって、その体積抵抗率を上昇させ、これによって抵抗制御部を作製できる。以下、この実施形態について説明する。

【0027】(1)他のセラミックスを構成する窒化アルミニウム質セラミックス中に所定量のマグネシウムを添加した場合

【0028】窒化アルミニウム質セラミックス中のアルミニウムの含有量は、窒化アルミニウム粒子が主相として存在し得るだけの量である必要があり、好ましくは30重量%以上であり、更に好ましくは50重量%以上である。

【0029】窒化アルミニウム質セラミックス中にマグネシウムを添加し、酸化物換算で0.5重量%以上含有させると、その体積抵抗率が上昇した上、ハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐蝕性を示した。従って、抵抗制御部をこの窒化アルミニウム質セラミックスで形成すると、高い耐蝕性と共に、リーク電流を阻止できる。

【0030】他のセラミックス中におけるマグネシウムの含有量は、限定しない。しかし、酸化物に換算して、製造上は30重量%以下とすることが好ましい。また、マグネシウムの含有量が増え、焼結体の熱膨張係数が增大するので、本発明の窒化アルミニウム質焼結体の熱膨張係数を、マグネシウムを添加していない窒化アルミニウム質焼結体の熱膨張係数に近づけるためには、20重量%以下とすることが好ましい。

【0031】他のセラミックスの構成相は、窒化アルミニウム単相の場合と、酸化マグネシウム相が析出している場合とがある。窒化アルミニウム単相の場合には、マグネシウムを含有する窒化アルミニウムの熱膨張係数が、マグネシウムを含有しない窒化アルミニウム焼結体と近いので、両者を一体焼結させる場合に、熱応力が緩和されるし、酸化マグネシウム相が破壊の起点となることもない。一方、酸化マグネシウム相が析出している場

合には、耐蝕性が一層向上する。一般的には、絶縁体に第2相が分散している場合、第2相の抵抗率が低いと、全体の抵抗率が低下する。しかし、他のセラミックスの構成相が $\text{AlN} + \text{MgO}$ の場合は、 $\text{MgO}$ 自身が体積抵抗率が高いため、全体的に体積抵抗率が低くなるという問題も起きない。

【0032】(2)他のセラミックスを構成する窒化アルミニウム質セラミックス中に所定量のリチウムを添加した場合

10 【0033】本発明者は、窒化アルミニウム質セラミックス中に、500ppm以下の微量のリチウムを含有させることによって、高温領域、特に600℃以上の高温領域における体積抵抗率が著しく向上することを発見した。この窒化アルミニウム質セラミックスによって抵抗制御部を形成することで、加熱時にリーク電流を効果的に防止できる。しかも、リチウムの添加量が500ppm以下と微量であることから、特に金属汚染を嫌う半導体製造装置用として好適である。

20 【0034】他のセラミックス中のアルミニウムの含有量は、窒化アルミニウム粒子が主相として存在し得るだけの量である必要があり、好ましくは30重量%以上であり、更に好ましくは50重量%以上である。また、窒化アルミニウム結晶の多結晶構造中には、窒化アルミニウム結晶以外に、微量の他の結晶相、例えば酸化リチウム相を含んでいてよい。

【0035】また、リチウム含有量が500ppm以下の場合には、X線回折法では窒化アルミニウム相以外の相は確認できなかった。一方、リチウムを過剰に添加すると、X線回折法では、リチウムアルミネートや酸化リチウムのピークが見られた。これらのことから、リチウムを含有する窒化アルミニウム質セラミックス中では、リチウムは、少なくとも一部が窒化アルミニウム格子中には固溶している可能性があり、また、リチウムアルミネートや酸化リチウムなどの、X線回折法では確認には至らない程度の微結晶として析出している可能性がある。

【0036】リチウムの添加により、高温での体積抵抗率が高くなる理由は不明であるが、リチウムの少なくとも一部が窒化アルミニウム中に固溶し、窒化アルミニウムの格子欠陥を補償していることが考えられる。

【0037】なお、他のセラミックスを、上述のマグネシウムまたはリチウムが添加された窒化アルミニウム質セラミックスによって形成し、所定のセラミックスを窒化アルミニウム質セラミックスとした場合は、所定のセラミックス中の金属不純物量(リチウム、マグネシウム以外の金属量)は、1000ppm以下であることが好ましい。

【0038】本発明の加熱装置を製造するには、セラミックス基体の被焼成体を準備し、この際被焼成体の中に抵抗制御部を設け、被焼成体をホットプレス焼結させ

る。

【0039】ホットプレス時の圧力は、 $20\text{ kgf/cm}^2$ 以上が好ましく、 $100\text{ kgf/cm}^2$ 以上が特に好ましい。この上限は特に限定されないが、モールド等の窯道具の損傷を防止するためには、実用上は $1000\text{ kgf/cm}^2$ 以下が好ましく、 $400\text{ kgf/cm}^2$ 以下が更に好ましい。

【0040】ホットプレス後には、抵抗制御部とその他の所定のセラミックスとの界面に、アルミニウムの酸窒化物、またはアルミニウムの酸化物が生成していることが特に好ましく、これによって、抵抗制御部と所定のセラミックスとの界面における密着性が一層良好となることが分かった。こうした化合物としては、 $\text{AlON}$ 、 $\text{SiAlON}$ 、 $\text{Y-Al-O}$ 化合物が特に好ましい。

【0041】窒化アルミニウム焼結体中に埋設される導電性機能部品は、印刷によって形成された導電性膜であってもよいが、面状の金属バルク材であることが特に好ましい。ここで、「面状の金属バルク材」とは、金属線や金属板を、一体の二次元的に延びるバルク体として形成したものを言う。

【0042】金属部材は、高融点金属で形成することが好ましく、こうした高融点金属としては、タンタル、タングステン、モリブデン、白金、レニウム、ハフニウム及びこれらの合金を例示できる。被処理物としては、半導体ウエハーの他、アルミニウムウエハー等を例示できる。

【0043】以下、更に具体的な実験結果について述べる。

(本発明例1) 図1に示したような形態の加熱装置を作製した。具体的には、還元窒化法によって得られた窒化アルミニウム粉末を使用し、この粉末にアクリル系樹脂バインダーを添加し、噴霧造粒装置によって造粒し、造粒顆粒を得た。また、これとは別にアルミナ粉末をテープ成形し、厚さ $320\mu\text{m}$ のアルミナシートを得た。図1に示すように各層の成形体を順次一軸加圧成形し、積層し、一体化した。この一軸加圧成形体の中には、モリブデン製のコイル状の抵抗発熱体4および電極3を埋設した。電極3としては、直径 $\phi 0.4\text{ mm}$ のモリブデン線を、1インチ当たり24本の密度で編んだ金網を使用した。

【0044】この成形体をホットプレス型中に収容し、密封した。昇温速度 $300^\circ\text{C}/\text{時間}$ で温度を上昇させ、この際、室温 $\sim 1000^\circ\text{C}$ の温度範囲で減圧を行った。この温度の上昇と同時に圧力を上昇させた。最高温度を $1800^\circ\text{C}$ とし、最高温度で4時間保持し、圧力を $200\text{ kgf/cm}^2$ とし、窒素雰囲気下で焼成し、焼結体を得た。この焼結体を機械加工し、更に仕上げ加工して加熱装置を得た。基体2の直径 $\phi 240\text{ mm}$ とし、厚さを $18\text{ mm}$ とし、抵抗発熱体4と加熱面との間隔を $6\text{ mm}$ とし、絶縁性誘電層2eの厚さを $1\text{ mm}$ にした。

【0045】また、抵抗発熱体の平面的な埋設形状は、図5に示すようにした。即ち、モリブデン線を巻回して巻回体16を得、巻回体の両端に端子17A、17Bを接合した。巻回体16の全体は、図5において紙面に垂直な線に対して、ほぼ線対称に配置されている。互いに直径の異なる複数の同心円状部分16aが、線対称をなすように配置され、同心円の直径方向に隣り合う各同心円状部分16aが、それぞれ連結部分16dによって連絡している。最外周の連結部分16bが、ほぼ1周する円形部分16cに連結されている。一对の端子17Aと17Bとは、巻回体16によって直列に接続される。端子17Aと17Bとは、共に一つの保護管(図示しない)内に収容されている。

【0046】図1に概略的に示す回路を作製した。即ち、電力供給用の高周波電源8を電線9を介して抵抗発熱体4に接続し、電極3を電線10を介してアース11に接続した。抵抗発熱体4から電極3へのリーク電流は、真空中、 $500^\circ\text{C}$ 、 $600^\circ\text{C}$ 、 $700^\circ\text{C}$ の各温度で、電線20と9とをクランプメータに通すことにより、測定した。また、導電性機能部品の動作の指標として、稼働温度 $700^\circ\text{C}$ で、加熱面5の表面温度分布をサーモビューアで測定し、加熱面内における最高温度と最低温度との差を測定した。

【0047】この結果、各温度においてリーク電流は観測されず、加熱面の温度差は $10^\circ\text{C}$ であった。また、抵抗制御層の厚さは $150\mu\text{m}$ であり、抵抗制御層は $\alpha$ -アルミナ相からなっており、抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面には $\text{AlON}$ 相が生成していた。図6は、抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面付近のセラミックス組織を示す走査型電子顕微鏡写真である。均質な窒化アルミニウム相の間に生成しているのが $\text{AlON}$ 相である。窒化アルミニウム相と $\text{AlON}$ 相との界面付近を更に拡大して図7に示す。これらの相異なるセラミックス相の界面は連続しており、剥離やクラックなどの異常は見受けられない。

【0048】(本発明例2) 本発明例1と同様にして加熱装置1を作製し、上記と同様の実験を行った。ただし、一軸加圧成形時にアルミナシートを使用せず、その代わりにアルミナ粉末を敷設した。

【0049】この結果、各温度においてリーク電流は観測されず、加熱面の温度差は $10^\circ\text{C}$ であった。また、抵抗制御層の厚さは $220\mu\text{m}$ であり、抵抗制御層は $\alpha$ -アルミナ相からなっており、抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面には $\text{AlON}$ 相が生成していた。

【0050】(本発明例3) 本発明例1と同様にして加熱装置1を作製し、上記と同様の実験を行った。ただし、一軸加圧成形時にアルミナシートを使用せず、その代わりに窒化珪素粉末を敷設した。

【0051】この結果、リーク電流は、 $500^\circ\text{C}$ では観測されず、 $600^\circ\text{C}$ では $1\text{ mA}$ であり、 $700^\circ\text{C}$ では8

mAであった。加熱面の温度差は15℃であった。抵抗制御層の厚さは240 $\mu$ mであり、抵抗制御層は窒化珪素相からなっており、抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面には特定不能な生成物が存在していた。

【0052】(本発明例4)本発明例1と同様にして加熱装置1を作製し、上記と同様の実験を行った。ただし、一軸加圧成形時にアルミナシートを使用せず、その代わりに酸化珪素粉末を敷設した。

【0053】この結果、リーク電流は、500℃では観測されず、600℃では3mAであり、700℃では10mAであった。加熱面の温度差は15℃であった。抵抗制御層の厚さは210 $\mu$ mであり、抵抗制御層は酸化珪素相からなっており、抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面には特定不能な生成物が存在していた。

【0054】(本発明例5)本発明例1と同様にして加熱装置1を作製し、上記と同様の実験を行った。ただし、一軸加圧成形時にアルミナシートを使用せず、その代わりに酸化イットリウム粉末を敷設した。

【0055】この結果、リーク電流は、500℃、600℃では観測されず、700℃では3mAであった。加熱面の温度差は10℃であった。抵抗制御層の厚さは190 $\mu$ mであり、抵抗制御層は酸化イットリウム相からなっており、抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面にはAl<sub>12</sub>Y<sub>4</sub>O<sub>9</sub>相が存在していた。

【0056】(本発明例6)本発明例1と同様にして加熱装置1を作製し、上記と同様の実験を行った。ただし、一軸加圧成形時にアルミナシートを使用せず、その代わりに窒化ホウ素粉末を敷設した。

【0057】この結果、リーク電流は、500℃、600℃では観測されず、700℃では2mAであった。加熱面の温度差は10℃であった。抵抗制御層の厚さは130 $\mu$ mであり、抵抗制御層は窒化ホウ素相からなっており、抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面には特定不能な生成物の相が存在していた。

【0058】(比較例1)本発明例1と同様にして加熱装置を作製し、上記と同様の実験を行った。ただし、一軸加圧成形時にアルミナシートを使用しなかった。

【0059】この結果、リーク電流は、500℃では2mAであり、600℃では9mAであり、700℃では45mAであった。加熱面の温度差は50℃であった。

【0060】(本発明例7)本発明例1と同様にして、図3に示す加熱装置を作製した。

【0061】ただし、抵抗制御層として、イソプロピルアルコール中に、還元窒化法により得られた所定量の窒化アルミニウム粉末と、MgOを1.0重量%と、アクリル系樹脂バインダーを適量添加し、ポットミルで混合後、噴霧造粒装置によって乾燥造粒したものを使用し、電極3をこの造粒顆粒中に埋設した。電極3としては、直径 $\phi$ 0.4mmのモリブデン線を、1インチ当たり24本の密度で編んだ金網を使用した。この状態で顆粒を一

軸加圧成形し、円盤状の成形体を得た。これらの各成形体を積層し、一軸加圧成形し、図3に示すような形態とした。

【0062】この成形体を、ホットプレス型中に収容し、密封した。昇温速度3000℃/時間で温度を上昇させ、この際、室温~1000℃の温度範囲で減圧を行った。この温度の上昇と同時に、圧力を上昇させた。最高温度を1800℃とし、最高温度で4時間保持し、ホットプレス圧力を200kgf/cm<sup>2</sup>とし、窒素雰囲気下で焼成し、焼結体を得た。この焼結体を機械加工し、さらに仕上加工して加熱装置を得た。基体の直径を $\phi$ 240mmとし、厚さを18mmとし、発熱体4と加熱面との間隔を6mmとした。

【0063】真空中、500、600、700℃、800℃の各温度において、発熱体4から電極3へのリーク電流は観測されず、稼働温度800℃で、加熱面における最高温度と最低温度との差は10℃であった。

【0064】また、この加熱装置について耐蝕性試験を行った。加熱装置を、ハロゲンガス雰囲気下(塩素ガス:300sccm, 窒素ガス:100sccm, チャンバ内圧力0.1torr)のチャンバー内におき、抵抗発熱体4に電力を投入し、加熱面5の温度を735℃に保持し、誘導結合プラズマ方式の高周波プラズマを加熱面上に発生させ、24時間暴露させた後の重量変化から、エッチングレート求めた。この結果、エッチングレートは、4.4 $\mu$ m/時間であった。従って、本発明のサセプターは、従来技術より、より高温にて作動するヒーターとして使用できる。

【0065】セラミックス層2hから試料を切り出し、湿式化学分析により金属不純物量を測定したところ、100ppm以下であった。抵抗制御部2gから試料を切り出し、マグネシウム量を測定したところ、0.50重量%であった。

【0066】(本発明例8)本発明例1と同様にして、図4に示す加熱装置を作製した。

【0067】ただし、イソプロピルアルコール中に、還元窒化法により得られた所定量の窒化アルミニウム粉末と、MgO粉末を2.0重量%と、アクリル系樹脂バインダーを適量添加し、ポットミルで混合後、噴霧造粒装置によって乾燥造粒し、造粒顆粒を得た。この中に、本発明例7で示した電極3を埋設し、表面層29の成形体を得た。各成形体を積層し、積層体を一軸加圧成形し、図4に示す形態の成形体を得た。この成形体を、本発明例7と同様にホットプレス焼結させた。このホットプレス後の寸法は、本発明例7と同様である。

【0068】真空中、500℃、600℃、700℃、800℃の各温度において、抵抗発熱体7から電極3へのリーク電流は観測されず、稼働温度800℃で、加熱面における最高温度と最低温度との差は10℃であった。また、本発明例7と同様の条件でエッチングレ

トを測定したところ、4.3  $\mu\text{m}$ /時間であった。

【0069】表面層29から試料を切り出し、マグネシウム量を測定したところ、1.1重量%であった。

【0070】(本発明例9)本発明例1と同様にして、図4に示す形態の加熱装置を作製した。

【0071】ただし、イソプロピルアルコール中に、還元窒化法により得られた所定量の窒化アルミニウム粉末と、炭酸リチウム粉末(酸化物換算で0.1重量%)と、アクリル系樹脂バインダーとを、ポットミルで混合し、噴霧造粒装置によって乾燥造粒したものを、一軸加10 圧成形し、この成形体内に、本発明例7と同様の電極3を埋設した。各成形体を積層した。

【0072】この積層体を、本発明例7と同様に焼成し、試験した。この結果、500℃、600℃、700℃の各温度において、リーク電流は観測されず、800℃では1mAであり、800℃での加熱面内の温度差は10℃であった。

【0073】また、背面層30から試料を切り出し、湿式化学分析により金属不純物量を測定したところ、100ppm以下であった。抵抗制御部(表面層)29から20 試料を切り出し、リチウム量を測定したところ、280ppmであった。

【0074】次に、基体中における発熱体の形態によっては、発熱体からのリーク電流が集中する領域が、加熱面と発熱体との間の領域以外である場合がある。このような場合においては、少なくともリーク電流が集中する領域に抵抗制御部を設けることが好適である。

【0075】例えば、図8(即ち図5)に示すような平面的パターンを有する抵抗発熱体16の場合には、図8において右側の抵抗発熱体と左側の抵抗発熱体との間の特に連結部分16b、16dの近傍でリーク電流が生ずる20 ことを見いだした。このようなリーク電流が発生すると、その近傍に電流が集中し、ホットスポットが生ずるために、加熱面の温度の均一性が損なわれる。

【0076】このため、本発明に従って、抵抗制御層20を設け、抵抗発熱体間のリーク電流を防止し、これによってホットスポットの発生を防止することができる。むろん、このようなリーク電流が発生しやすい領域は、抵抗発熱体の形態によって変化するので、基体中で相対的に大きな電位勾配が生ずる領域に少なくとも抵抗制御部を生成させる。40

【0077】また、抵抗制御部それ自体の形態も、前述してきたような平板形状には限られない。例えば図9(a)の例においては、基体15の中において抵抗発熱体16間に電位差が加わる領域21があるときに、この領域21に抵抗制御層20Aを設けることによって、リーク電流を阻止する。ここで、抵抗制御層20Aの形態を、抵抗発熱体16が延びる平面に対して略垂直にすることによって、より一層確実にリーク電流を阻止できる。

【0078】また、図9(b)に示すように、領域21に抵抗制御層20Bを設け、抵抗制御層20Bを、抵抗発熱体16が延びる平面に対して一定角度傾斜させることができる。これによって、リーク電流の迂回距離が一層長くなる。この場合においては、抵抗発熱体が延びる平面に対する抵抗制御層20Bの傾斜角度を30-90度とすることが好ましい。

【0079】また、図9(c)に示すように、領域21に抵抗制御部20Cを設けることができる。ここで、抵抗制御層20Cに、抵抗発熱体16が延びる平面に対して略垂直に延びる本体部分22を設け、かつ本体部分22に突出部分23A、23B、23C、23Dを設ける。このように抵抗発熱体16からみて加熱面側および/またはこの反対側に延びる各突出部分を設けることによって、リーク電流の迂回距離が一層長くなる。

【0080】

【発明の効果】以上述べてきたように、本発明によれば、セラミックス製の基体と、この基体の中に埋設されている発熱体とを備えており、基体に被加熱物を処理するべき加熱面が設けられている加熱装置において、加熱装置の各部分における動作状態を安定化し、あるいは経時的な動作状態を安定化できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施形態に係る加熱装置1を概略的に示す断面図である。

【図2】本発明の他の実施形態に係る加熱装置1Aを概略的に示す断面図である。

【図3】本発明の更に他の実施形態に加熱装置1Bを概略的に示す断面図である。

【図4】本発明の更に他の実施形態に加熱装置1Cを概略的に示す断面図である。

【図5】本発明の実施例で作製した加熱装置における抵抗発熱体の埋設パターンの例を示す平面図である。

【図6】抵抗制御層と窒化アルミニウムとの界面付近のセラミックス組織を示す走査型電子顕微鏡写真である。

【図7】窒化アルミニウム相とAlON相との界面付近のセラミックス組織を、更に拡大して示す走査型電子顕微鏡写真である。

【図8】本発明の更に他の実施形態に係る加熱装置を模式的に示す平面図である。

【図9】(a)は、抵抗発熱体16の間隙領域に抵抗制御層20Aを設けた状態を示す断面図であり、(b)は、抵抗発熱体16の間隙領域に抵抗制御層20Bを設けた状態を示す断面図であり、(c)は、抵抗発熱体16の間隙領域に抵抗制御部20Cを設けた状態を示す断面図である。

【符号の説明】

1、1A、1B 加熱装置 2、2A、2B、2C、15 基体 2a、2b、2c、2e、2g 所定のセラミックスからなるセラミックス相 2c、50

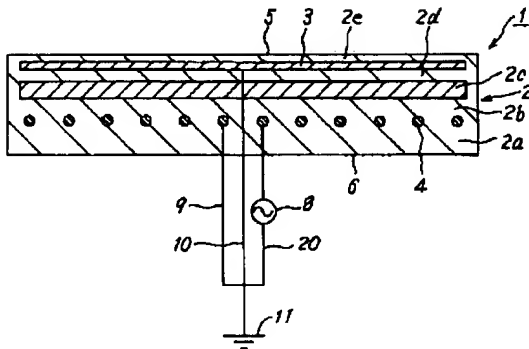
13  
2f、2g、29 抵抗制御部  
品

3 導電性機能部

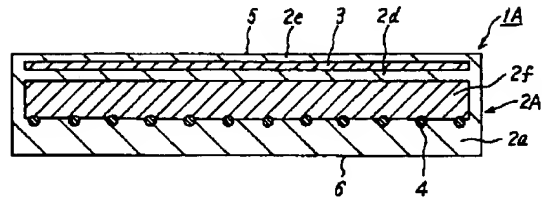
4 抵抗発熱体

14  
5 加熱面 6 背面

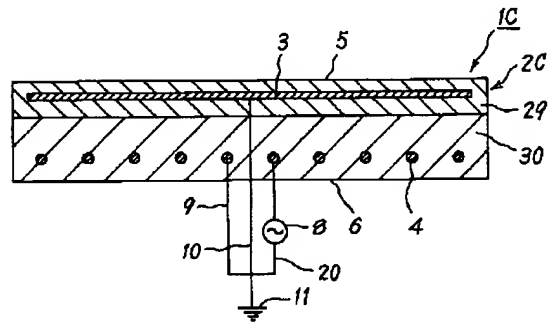
【図1】



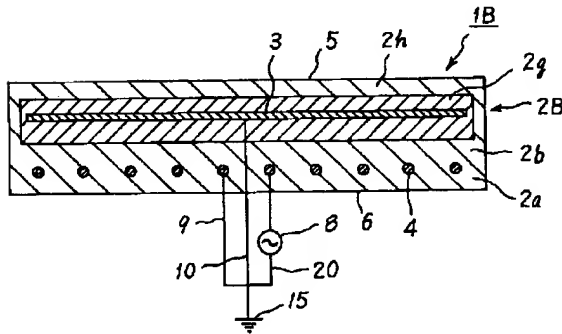
【図2】



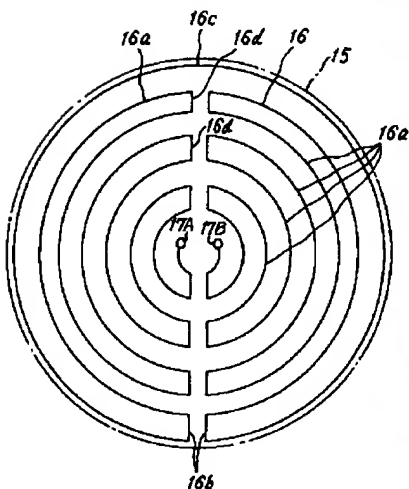
【図4】



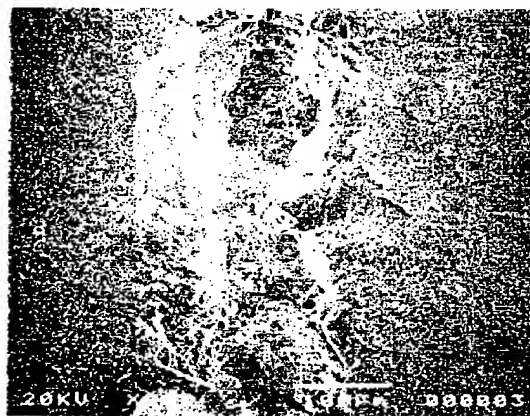
【図3】



【図5】



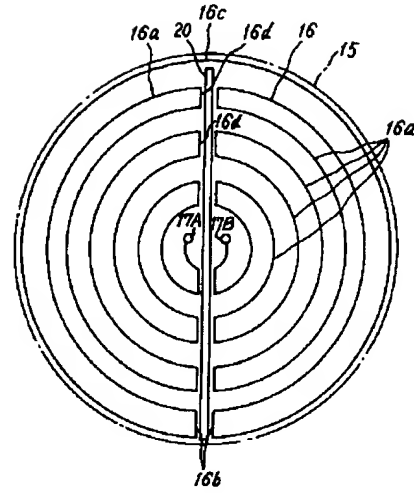
【図6】



【図7】



【図8】



【図9】

